

Pengaruh Jenis Larutan Terhadap Morfologi dan Energi *Gap* Lapisan TiO₂ yang Dideposisi dengan Metode *Spincoating*

Nurfaisal Anuar*, Dahyunir Dahlan

Jurusan Fisika, FMIPA, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis Padang, 25163

* nurfaisalanuar39@gmail.com

ABSTRAK

Telah dilakukan deposisi lapisan TiO₂ dari berbagai jenis larutan. Larutan yang dihasilkan kemudian dideposisikan dengan menggunakan *spincoater* selama 30 detik. Lapisan yang terbentuk pada substrat kaca preparat diberi perlakuan panas pada suhu ruang (27 °C) dan suhu 400 °C untuk melihat pengaruh temperatur pada masing-masing sampel. Hasil karakterisasi mikroskop optik dan SEM menunjukkan bahwa morfologi lapisan TiO₂ dengan penambahan PEG-6000 terlihat partikelnya tersebar merata serta permukaan lapisan yang halus. Penambahan CTAB menyebabkan lapisan tidak terdepositasi secara merata. Aquabides (H₂O) menyebabkan larutan TiO₂ lebih homogen. Etanol (C₂H₅OH) menyebabkan penyebaran partikel pada lapisan TiO₂ lebih merata (homogen). Asam asetat (CH₃COOH) menyebabkan lapisan TiO₂ terlapisi pada substrat kaca preparat. Asam nitrat (HNO₃) menyebabkan lapisan TiO₂ tidak terlapisi pada substrat kaca preparat. Berdasarkan hasil karakterisasi UV-Vis, energi *gap* TiO₂ dengan variasi larutan H₂O, C₂H₅OH, CH₃COOH, dan C₂H₅OH penambahan PEG-6000 berturut-turut dengan suhu ruang (27 °C) adalah 3,2 eV, 3,25 eV, 3,0 eV dan 3,6 eV. Sedangkan energi *gap* ketika diberi suhu 400 °C berturut-turut adalah 3,1 eV, 3,6 eV, 3,6 eV, dan 3,65 eV.

Kata kunci : TiO₂, metode *spincoating* dan energi *gap*.

ABSTRACT

Deposition of TiO₂ films from various types of solution has been done. The resulting solutions were deposited using a spin coater for 30 seconds. The films on glass substrates were heat-treated at room temperature (27 °C) and at 400 °C to investigate the effect of treatment temperature. The characterizations using optical microscope and SEM show the morphology the TiO₂ films by adding PEG-6000 looks more attached on the substrate to the particles spread homogeneous and surface films are smooth. Addition of CTAB causes the result in TiO₂ film not smooth. Aquabides (H₂O) from homogeneous TiO₂ solution. Ethanol (C₂H₅OH) causes TiO₂ particles to be distributed. Acetic acid (CH₃COOH) causes the TiO₂ film coated on a glass substrate preparation. Nitric acid (HNO₃) cause the TiO₂ film was not coated on glass substrate. Based on UV-Vis characterization, energy gap of TiO₂ made of various solutions: H₂O, C₂H₅OH, CH₃COOH, and C₂H₅OH addition of PEG-6000 at room temperature are 3,2 eV, 3,25 eV, 3,0 eV, and 3,6 eV, respectively. Heat-treatment at 400 °C causes to increase the gap energy are 3,1 eV, 3,6 eV, 3,6 eV, and 3,65 eV, respectively.

Keywords: TiO₂, spincoating method and gap energy.

I. PENDAHULUAN

Titanium dioksida (TiO₂) merupakan material semikonduktor yang berperan penting dalam perkembangan teknologi (Pravita, 2013). Telah banyak dilakukan penelitian untuk menghasilkan bahan semikonduktor yang lebih efektif, efisien, dan juga memiliki karakteristik yang sesuai dengan aplikasi yang diinginkan. TiO₂ merupakan salah satu jenis material semikonduktor yang menarik karena mudah diperoleh, murah, tidak berbahaya (beracun) dan tidak korosif.

TiO₂ termasuk semikonduktor tipe-*n* yang memiliki energi *gap* (celah pita) 3,2 – 3,8 eV (Grätzel, 2003) sehingga TiO₂ hanya akan menyerap cahaya dengan panjang gelombang di daerah ultraviolet. TiO₂ dapat digunakan pada sel surya (Nadeak dan Susanti, 2012; Timuda, 2009), fotokatalis, sensor gas (Sootter dkk., 2005), zat pewarna pada cat, produk kesehatan dan berbagai macam aplikasi lainnya. Metode pembuatan lapisan TiO₂ telah banyak dikembangkan, seperti *RF magnetron sputtering* (Lei dkk., 2008), *Chemical Vapor Deposition* (CVD), *sonochemical* (Timuda dkk., 2010), *hidrothermal* (Vijayalakshmi dan Rajendran, 2012), *Metal Organic Chemical Vapor Deposition* (MOCVD) (Misook dkk., 2003), *slipcasting* (Yulika dkk., 2014), dan *sol-gel spincoating* (Supekar dkk., 2013). Salah satu metode yang paling banyak digunakan dalam pembuatan lapisan TiO₂ adalah *spincoating* (Perdana dkk., 2012). Metode ini memiliki beberapa kelebihan seperti biaya murah, tidak memerlukan ruang dengan tingkat kevakuman yang tinggi, dapat dilakukan pada suhu rendah dan ketebalan lapisan yang

dihasilkan dapat dikontrol (Widodo, 2010). Metode *slipcasting* juga merupakan metode yang mudah dilakukan. Pada metode *slipcasting*, TiO_2 yang sudah dideposisikan di atas substrat diratakan dengan *spatula* dan ketebalan lapisan hanya bergantung pada ketebalan selotip yang digunakan (Nuryadi dkk., 2010). Metode *spincoating* merupakan metode yang digunakan untuk meratakan lapisan di atas suatu substrat dengan memanfaatkan gaya sentrifugal akibat laju putar (*spin*) tertentu.

Pan dkk. (2013) melakukan sintesis nanopartikel TiO_2 dari campuran asam asetat (CH_3COOH) dan etanol anhidrat ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) yang dimodifikasi dengan mencampurkan surfaktan, asam asetat (CH_3COOH), etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) anhidrat dan tetrabutiltitania. Dari penelitian ini ditemukan butiran nanopartikel TiO_2 tanpa kalsinasi memiliki fasa amorf, yang dipanaskan pada 400°C memiliki fasa *anatase*, sedangkan yang dipanaskan pada 600°C memiliki fasa *rutile* dan *anatase*. Yulika dkk. (2014) menggunakan metode *slipcasting* dan *spincoating* pada temperatur 400°C , dengan menggunakan larutan $0,5\text{ g TiO}_2$ dalam 4 ml etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$). Hasil penelitiannya menunjukkan bahwa morfologi lapisan TiO_2 dengan teknik *spincoating* terlihat lebih rata, homogen dan tidak mengalami retak (*cracking*) dibandingkan dengan morfologi lapisan TiO_2 hasil *slipcasting*.

Penambahan PEG-6000 (*Polyethylene Glycol*) dan CTAB (*Cetyltrimethyle Ammonium Bromide*), supaya larutan yang didapatkan lebih homogen. Arista (2016), yang mendeposisi lapisan TiO_2 pada kaca ITO (*Indium Tin Oxide*) menggunakan metode *spincoating*, menemukan permukaan partikel pada lapisan TiO_2 yang halus, sebaran partikelnya homogen dan adanya pori pada lapisan TiO_2 .

Pada penelitian ini akan ditinjau morfologi lapisan TiO_2 berdasarkan variasi jenis larutan dengan menggunakan mikroskop optik dan SEM (*Scanning Electron Microscopy*). Kemudian juga akan dilakukan karakterisasi spektrofotometer UV-Vis untuk mengetahui energi *gap* lapisan TiO_2 yang terbentuk.

II. METODE

2.1 Persiapan substrat

Kaca substrat dipotong dalam ukuran $1\text{ cm} \times 2\text{ cm}$ dan kemudian dibersihkan untuk menghilangkan kotoran organik maupun anorganik yang menempel (Yusrianto, 2010). Kaca substrat dimasukkan ke dalam gelas beker berisi larutan aquades (H_2O) dan digetarkan dengan *ultrasonic cleaner* selama 15 menit. Selanjutnya dengan langkah yang sama kaca substrat digetarkan dalam larutan alkohol/etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) selama 15 menit. Setelah selesai, kaca substrat dikeringkan dengan *hair dryer*.

2.2 Preparasi Larutan TiO_2

Larutan TiO_2 dibuat dari TiO_2 powder yang dicampur dengan berbagai macam pelarut dengan komposisi seperti Tabel 1. Setelah dicampurkan, larutan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam.

Tabel 1 Komposisi larutan TiO_2 .

No	TiO_2 (g)	H_2O (ml)	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (ml)	CH_3COOH (ml)	HNO_3 (ml)	PEG-6000 (g)	CTAB (mM)
1.	0,5	4	-	-	-	-	-
2.	0,5	-	4	-	-	-	-
3.	0,5	4	-	4	-	-	-
4.	0,5	-	-	-	4	-	-
5.	0,5	4	-	-	-	0,75	-
6.	0,5	4	-	-	-	0,75	1
7.	0,5	-	-	4	-	0,75	-
8.	0,5	-	-	-	4	0,75	-
9.	0,5	-	4	-	-	0,75	-

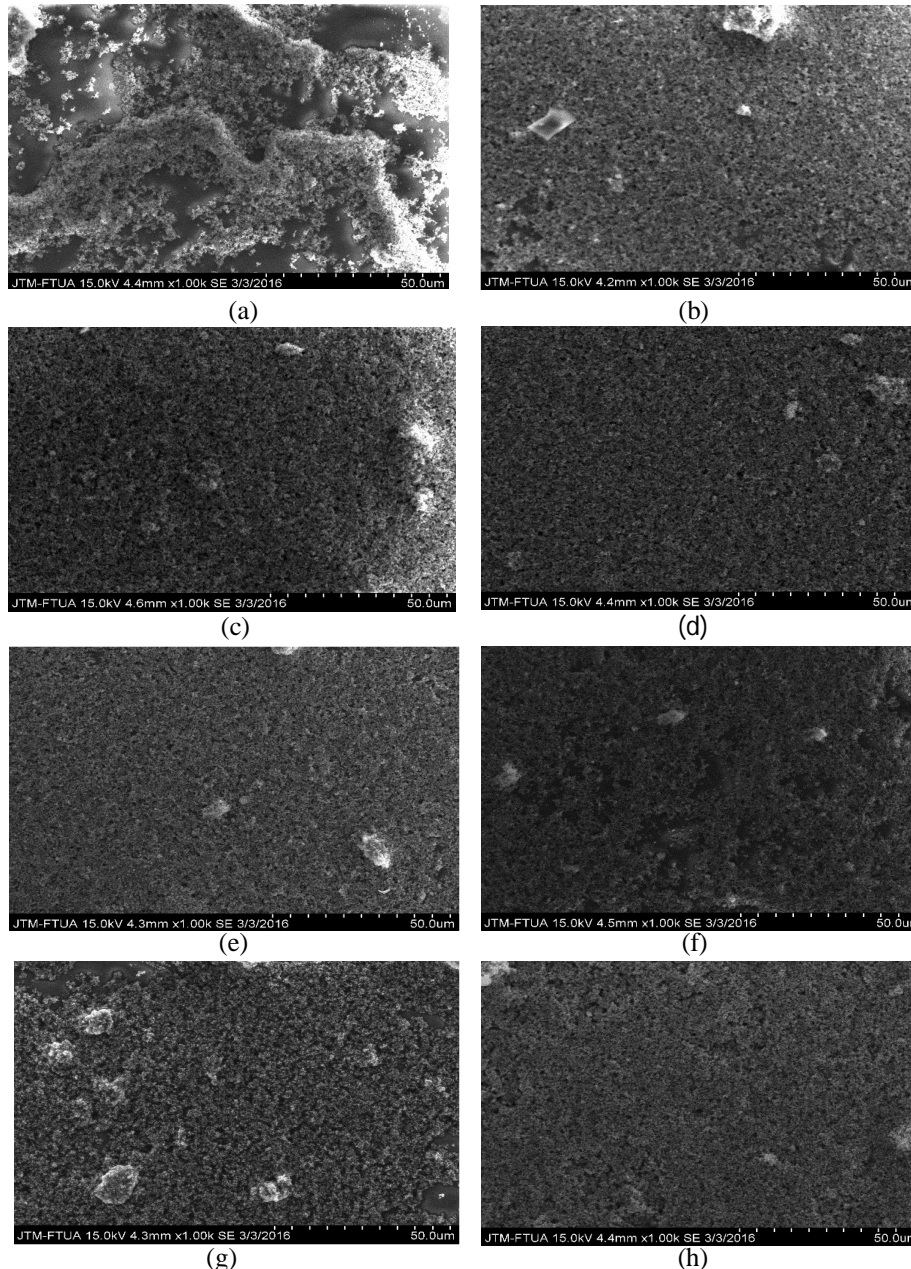
2.3 Pelapisan Larutan TiO_2

Larutan TiO_2 dideposisikan pada permukaan substrat kaca preparat dan diputar dengan kecepatan 2500 rpm selama 30 detik. Dengan kecepatan putaran seperti ini akan diperoleh

lapisan TiO_2 yang tersebar secara merata (Miah, 2001). Setelah selesai, masing-masing sampel dikeringkan pada suhu kamar (27°C) atau dipanaskan pada suhu 400°C selama 1 jam di dalam *furnace* untuk menguapkan sisa-sisa pelarut (Pan dkk., 2013).

III. HASIL DAN DISKUSI

3.1 Hasil Karakterisasi SEM



Gambar 1 Hasil karakterisasi SEM perbesaran 1000 kali, (a) Sampel 1a ($T = 27^\circ\text{C}$ pelarut H_2O), (b) Sampel 1b ($T = 400^\circ\text{C}$ pelarut H_2O), (c) Sampel 2a ($T = 27^\circ\text{C}$ pelarut $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), (d) Sampel 2b ($T = 400^\circ\text{C}$ pelarut $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), (e) Sampel 3a ($T = 27^\circ\text{C}$ pelarut CH_3COOH), (f) Sampel 3b ($T = 400^\circ\text{C}$ pelarut CH_3COOH), (g) Sampel 9a ($T = 27^\circ\text{C}$ pelarut $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{PEG-6000}$), (h) Sampel 9b ($T = 400^\circ\text{C}$ pelarut $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH} + \text{PEG-6000}$).

Sampel 3a (e) dengan suhu ruang (27°C), penyebaran partikel merata (homogen) namun masih menumpuk sehingga terdapat celah (rongga) pada lapisan TiO_2 . Sampel 3b (f) dengan pemberian pemanasan 400°C , penyebaran partikel lebih merata, namun masih terdapat tumpukan partikel pada lapisan TiO_2 . Sampel 9a (g) dengan suhu ruang (27°C), penyebaran

partikel merata tetapi masih terdapat tumpukan partikel. Namun partikelnya terlihat lebih merekat karena penambahan PEG-6000. Sampel 9b (h) dengan suhu pemanasan 400 °C, penyebara merata (homogen).

Hasil karakterisasi SEM pada Gambar 1 terlihat bahwa sampel 1a (a) dengan suhu ruang (27 °C), permukaan lapisan yang terdeposisi oleh partikel-partikel TiO₂ relatif tidak merata dan menumpuk (aglomerasi). Sampel yang dibuat dari larutannya sama tapi dikerjakan pada suhu 400 °C (sampel 1b) menunjukkan penyebaran partikel merata (homogen), namun masih ada tumpukan partikel pada lapisan. Sampel 2a (c) yang dikeringkan pada (27 °C) menunjukkan partikel tersebar merata pada lapisan TiO₂. Sedangkan sampel 2b (d) dengan pemanasan 400 °C, penyebaran partikel lebih merata (homogen) dibanding sampel 2a.

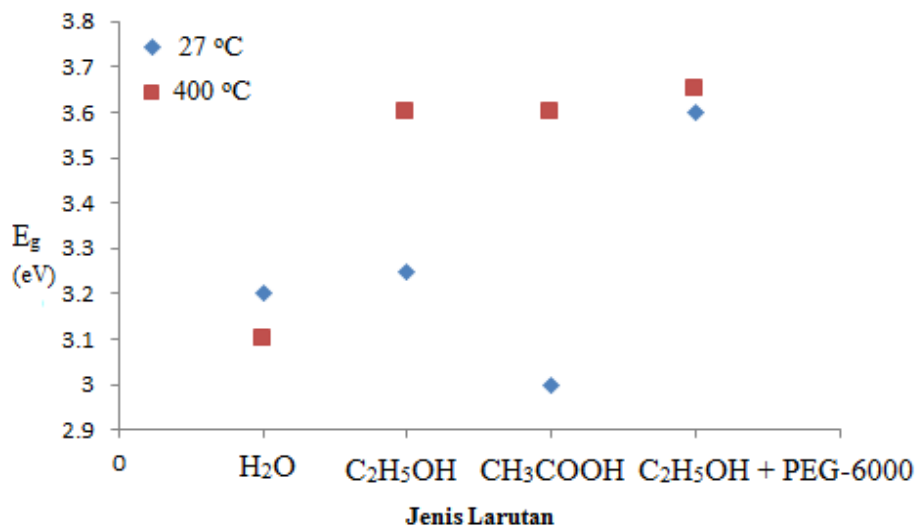
Pengeringan sampel pada suhu tinggi mengakibatkan penyebaran partikel pada substrat menjadi lebih merata dan lebih halus. Aquabides (H₂O) digunakan untuk mendapatkan campuran bahan dasar (TiO₂ powder) yang homogen, karena sifat kepolarannya berbeda. Pelarut berfungsi menghalangi pemisah fasa cair pada waktu reaksi hidrolisis dan mengontrol konsentrasi logam. Pelarut yang umum digunakan dalam reaksi pembentukan gel pada sampel TiO₂ adalah alkohol/etanol (C₂H₅OH), karena mempunyai tekanan uap yang lebih tinggi pada suhu kamar (Pravita, 2013). Selain itu pelarut asam organik (HNO₃ dan CH₃COOH) juga bersifat sebagai katalis yang menyebabkan reaksi hidrolisis menjadi lebih cepat dan sempurna (Pravita, 2013).

3.2 Hasil karakterisasi Spektrofotometer UV-Vis

Celah pita energi sampel yang dibuat dihitung dari data karakterisasi UV-Vis Spectrometry. Nilai energi *gap* dapat ditentukan menggunakan persamaan;

$$\alpha h\nu = C (h\nu - E_g)^{1/2} \quad (1)$$

dimana α adalah nilai absorbansi, C adalah konstanta, $h\nu$ adalah energi foton dan E_g adalah energi *gap*. Data panjang gelombang dan absorbansi diolah dengan cara memplot grafik nilai $h\nu$ pada sumbu x dan nilai $(\alpha h\nu)^2$ pada sumbu y . Data ini kemudian diolah dengan metode *Tauch plot*.



Gambar 2 Nilai celah pita energi (E_g)

Gambar 2 menunjukkan nilai energi *gap* semua sampel. Berdasarkan gambar di atas, secara umum dapat disimpulkan bahwa suhu pemanasan mengakibatkan kenaikan energi *gap*. Proses pemanasan dapat menyebabkan semakin rapat dan teratur atom-atom penyusun TiO₂ sehingga semakin tebal lapisan yang dihasilkan. Akibatnya, semakin banyak cahaya dengan panjang gelombang 300 – 400 nm yang diserap oleh lapisan (Afrozi, 2010).

IV. KESIMPULAN

Dari penelitian ini, dapat disimpulkan bahwa; morfologi lapisan TiO_2 dengan penambahan komposisi PEG-6000 terlihat lebih merekat, partikelnya tersebar merata serta permukaan lapisan yang halus. Penambahan CTAB menyebabkan lapisan tidak terlapisi secara merata. Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) menyebabkan penyebaran partikel TiO_2 lebih merata (homogen). Asam asetat (CH_3COOH) menyebabkan lapisan TiO_2 terlapisi pada substrat kaca preparat. Asam nitrat (HNO_3) menyebabkan lapisan TiO_2 tidak terlapisi pada substrat kaca preparat.

Pemanasan sampel menghasilkan penyebaran partikel yang lebih merata (homogen) dan halus. Berdasarkan hasil karakterisasi UV-Vis, energi *gap* TiO_2 dengan variasi jenis larutan H_2O , $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, CH_3COOH , dan $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ penambahan PEG-6000 berturut-turut pada suhu ruang (27°C) adalah 3,2 eV, 3,25 eV, 3,0 eV dan 3,6 eV. Pemberian suhu panas 400°C nilai energi *gap*-nya berturut-turut adalah 3,1 eV, 3,6 eV, 3,6 eV, dan 3,65 eV.

DAFTAR PUSTAKA

- Afrozi, M., Khairurrijal., *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi* **2**, 1979-0880 (2009).
- Arista, A., "Deposisi Lapisan TiO_2 (Titanium Dioksida) pada Substrat ITO (*Indium Tin Oxide*) Menggunakan Metode Elektrodeposisi dan *Spincoating*", Tesis S2, Universitas Andalas, 2016.
- Grätzel, M., *Journal of Photochemistry and Photobiologi Photochemistry* **4**, 145-153 (2003).
- Lei, Z., Qing, J., Jianshe, L., *Jurnal Applied Surface Science* **254**, 4620-4625 (2008).
- Miah, M.Y., *Journal of Non-Crystalline Solids* **285**, 90-95 (2001).
- Misook, K., Jong, H.L., Sang, H.L., Chan, H.C., *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* **193**, 273-283 (2003).
- Nadeak, S.M.R. dan Susanti, D., *Jurnal Teknik ITS*, **1**, 2301-9271 (2012).
- Nuryadi, R., Aprilia, L., dan Akbar, J., Zico, A., "Fabrikasi Sel Surya Tersensitasi Zat Warna Berbasis Semikonduktor TiO_2 dengan Metode Elektroforesis", Pusat Teknologi Material, Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi, Jakarta, 2010.
- Pan, H., Xiao, D.W., Shasha, X., Lai, G.Y., Zhijung, Z., *Journal of Engineering and Materials Sciences* **20**, 561-567 (2013).
- Perdana, R., Dahlan, D., Harmadi., *Jurnal Ilmu Fisika* **4**, 18-24 (2012).
- Pravita, A.R., 2013, "Sintesis Lapisan TiO_2 Menggunakan Prekursor TiCl_4 untuk Aplikasi Kaca *Self Cleaning* dan Anti *Fogging*", Skripsi S1, Universitas Andalas, 2012.
- Sootter, E., X. Villanova, E. Liobet, M. Stankova, C., *Journal of optoelectronic and Advanced Material* **7**, 1395-1398 (2005).
- Supekar, A.K., Bhise, R.B., Thorat, S.S., *Journal of Engineering* **3**, 38-41 (2013).
- Timuda, G.E., "Sintesis Nanopartikel TiO_2 Dengan Menggunakan Metode Sonokimia Untuk Aplikasi Sel Surya Tersensitasi Dye (Dye Sensitized Solar Cell-DSSC) Menggunakan Ekstrak Kulit Buah Manggis dan Pulm Sebagai Photosensitizer", Tesis S2, Institut Pertanian Bogor, 2009.
- Timuda, G.E., Akhiruddin, M., Irmansyah., "Application of Nanocrystalline TiO_2 Particles Synthesized by Sonochemical Method as Dye Sensitized Solar Cell (DSSC)", *Jurusan Fisika-Himpunan Fisika Indonesia* **10**, No. 2 (2010).
- Vijayalakshmi, R., Rajendran, V., *Jurnal Scholars Research Library* **4**, 1183-1190 (2012).
- Widodo, S., "Teknologi sol-gel pada Pembuatan Nano Kristalin Metal Oksida untuk aplikasi Sensor gas", *Seminar rekayasa Kimia dan Proses* 2010.
- Yulika, D., Kusumandari., Suryana, M., *Jurnal Fisika Indonesia* **18**, 1410-2994 (2014).
- Yusrianto, E., Noor, B.I., Zahari, I., *Jurnal Solid State Science and Technology* **18**, 52-60 (2010).